

Hal-de
DIALOG(R) File 351: DERWENT WPI
(c) 1996 Derwent Info Ltd. All rts. reserv.

004182501 WPI Acc No: 85-009381/02

XRAM Acc No: C85-004017

XRPX Acc No: N85-006608

Optical fibre preform prodn. by forming core forming preform contg.
high melting oxide as dopant and forming inner and outer clad porous
preforms

Index Terms: OPTICAL FIBRE PREFORM PRODUCE: FORMING CORE FORMING PREFORM
CONTAIN HIGH MELT OXIDE DOPE FORMING INNER OUTER CLAD POROUS PREFORM

Patent Assignee: (FUJD) FUJIKURA CABLE WORKS KK

Number of Patents: 001

Patent Family:

CC Number	Kind	Date	Week	
JP 59207845	A	841126	8502	(Basic)

Reference 8

Priority Data (CC No Date): JP 8381483 (830510)

Abstract (Basic): JP 59207845

Method comprises forming a core-forming porous preform contg. high
melting oxide e.g. Al₂O₃, ZrO₂ etc. as dopant, by the vapour axial
deposition process, forming an inner clad-forming porous preform by use
of fluoride e.g. CF₄, SF₆ etc. as dopant by plasma jet vapour phase
chemical reaction, forming an outer clad-forming porous preform only
composed of SiO₂ and subsequently heating at high temp. (1,600-1,700
deg.C) for vitrifying.

USE/ADVANTAGE - For prodn. of single mode optical fibre having
depressed clad structure. The dopants contained in the core-forming
preform and/or clad-forming preform are not reacted with other glass
components (SiO₂) or vapourised-off even in exposure to high temp.
atmos. such as dewatering or vitrification. @ (5pp Dwg. No. 0/4) @

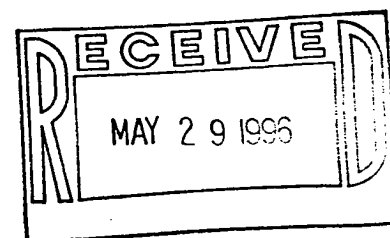
File Segment: CPI

Derwent Class: L01: P81:

Int Pat Class: C03B-020/00: C03B-037/00: G02B-005/14

Manual Codes (CPI/A-N): L01-F03: L01-L05

Derwent Registry Numbers: 1694-U



[Ref. 8]

[32]

A process for producing an optical fiber matrix, comprising the steps of, with a VAD technique:

i) forming a porous preform, which serves as a core, from silicon oxide having been doped with a high-melting temperature oxide, such as aluminum oxide or zirconium oxide,

ii) forming a porous preform, which serves as an inner portion of a cladding, from fluorine-doped silicon oxide by utilizing a plasma jet,

iii) forming a porous preform, which serves as an outer portion of the cladding, from silicon oxide, and

iv) carrying out vitrification into a transparent glass.

[33]

This invention relates to a process for producing an optical fiber matrix, which is suitable for obtaining, in particular, a single-mode optical fiber having a depressed cladding structure.

[34]

In view of the above circumstances, the object of the present invention is to provide a process for producing an optical fiber matrix, with which a long single-mode optical fiber having a depressed cladding structure with an ideal refractive index distribution can be obtained. The

present invention is characterized by specifying the dopants in porous preforms, which respectively serve as the core and the cladding, and utilizing a plasma jet for the formation of a porous preform, which serves as the inner portion of the cladding.

[35]

The first burner 1 is an oxyhydrogen flame burner having a multiple pipe structure. Glass raw material gases, such as an SiCl_4 gas, an AlCl_3 gas, and a ZrCl_4 gas, an H_2 gas, an O_2 gas, an Ar gas, and the like, are fed independently to the first burner 1. The glass raw material gases are subjected to a gas-phase chemical reaction, such as a thermal hydrolysis reaction or a thermal oxidation reaction, in the flame and yield fine glass particles of SiO_2 , Al_2O_3 , ZrO_2 , and the like. The fine glass particles are deposited on an end of a rod-like substrate 2, which is rotated and moved up. In this manner, a porous glass preform 3 serving as the core is formed.

In such cases, it is important that a high-melting temperature oxide, such as Al_2O_3 or ZrO_2 , which has a melting temperature higher than that of SiO_2 , is used as the dopant for enhancing the refractive index. Al_2O_3 , ZrO_2 , or the like, has a melting temperature of as high as, for example, at least $1,600^\circ\text{C}$. Even if such a dopant is heated during dehydration with a chlorine (Cl_2) gas or vitrification into a transparent glass in post-treatment, it will not react with the other glass constituents and will

not volatilize. Also, during the formation of the porous preform serving as the cladding, such a dopant do not react with SiO_2 of the fine glass particles. Therefore, in cases where the high-melting temperature oxide, such as Al_2O_3 or ZrO_2 , is used as the dopant, the refractive index distribution of the outer portion of the preform serving as the core does not become unsharp, and a refractive index distribution having an ideal step-like pattern can be obtained.

On the other hand, if popular GeO_2 is used as the dopant, since the melting temperature of GeO_2 is as low as $1,100^\circ\text{C}$, it will undergo a reaction or will be volatilized and, as a result, the refractive index distribution will become unsharp.

[36]

A plasma forming gas, such as an Ar gas, an N_2 gas, or H_2 gas, is fed under pressure from the base portion of a burner body 4a into the burner body 4a. A plasma jet is thereby delivered from a nozzle of the burner 4. At the same time, a gas of a glass raw material, such as SiCl_4 , an O_2 gas, an Ar gas, and a fluoride gas are fed into the burner body 4a. The fluoride gas is constituted of a fluoride of a nonmetal element, such as BF_3 , CF_4 , SiF_4 , PF_4 , AsF_4 , or SF_6 , which is in the gas state at a temperature in the vicinity of room temperature. Particularly, CF_4 and SF_6 are preferable. The aforesaid gases having been fed into the burner 4 are subjected to a gas-phase chemical reaction

in the plasma and form fine glass particles having an Si-F bond. The thus formed fine glass particles are deposited on the porous preform 3 serving as the core and thus form a porous preform 5, which constitutes the inner portion of the cladding. At this time, the plasma jet having a very high temperature of 10,000 to 20,000°K is delivered from the burner 4. Therefore, the burner 4 is located at a position spaced a sufficient distance apart from the previously formed porous preform 3 serving as the core, such that the fine glass particles having been cooled to a temperature of approximately 1,200 to 1,500°C may be deposited.

The plasma torch is used as the second burner 4. This is because the plasma has a very high temperature of 10,000 to 20,000°K as described above, and therefore Si and F react with each other to form the fine glass particles having the Si-F bond. With an ordinary oxyhydrogen flame burner, the temperature of the flame is approximately 2,480°C, and therefore the Si-F bond does not occur, and F decomposed from the fluoride gas merely adhere to SiO₂. When a porous preform constituted of a deposit of such fine glass particles is dehydrated or vitrified into a transparent glass, F will be volatilized in the high-temperature atmosphere, and the refractive index cannot be reduced sufficiently. Also, in such cases, the refractive index will vary between the outer portion and the inner portion, and a flat step-like pattern cannot be obtained. On the other hand, in the porous preform constituted of a deposit of the fine glass particles having the Si-F bond, Si

and F are bonded firmly. Therefore, with the porous preform constituted of a deposit of the fine glass particles having the Si-F bond, F is not volatilized during the dehydration or the vitrification into a transparent glass, and a glass matrix having little change in the refractive index can be obtained after such post-treatment.

In the manner described above, the porous preform 5 serving as the inner portion of the cladding is formed with the second burner 4. Thereafter, a third burner 6, which is located above the second burner 4, is activated, and a porous preform 7 serving as the outer portion of the cladding is formed. The third burner 6 is an oxyhydrogen flame burner having a multiple pipe structure. An SiCl_4 gas, an H_2 gas, an O_2 gas, an Ar gas, and the like, are fed into the third burner 6, and fine glass particles constituted of only SiO_2 are formed in the flame. The fine glass particles are deposited on the previously formed porous preform 5 serving as the inner portion of the cladding and thereby constitute the porous preform 7, which serves as the outer portion of the cladding.

The porous preform having the three-layer structure, which has thus been obtained, is subjected to dehydration treatment with a chlorine gas if necessary and is then heated for vitrification into a transparent glass. An optical fiber matrix is thereby obtained.

① 日本国特許庁 (JP)
② 公開特許公報 (A)

③ 特許出願公開

昭59—207845

④ 公開 昭和59年(1984)11月26日

⑤ Int. Cl.³
C 03 B 37 00
20 00
G 02 B 5 14

識別記号

⑥ 庁内整理番号
6602—4G
7344—4G
L 7370—2H

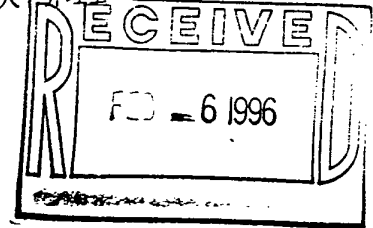
⑦ 発明の数 1
⑧ 審査請求 未請求

(全 5 頁)

⑨ 光ファイバ母材の製法

⑩ 特 願 昭58—81483
⑪ 出 願 昭58(1983)5月10日
⑫ 発 明 者 塩田孝夫
佐倉市六崎1440番地藤倉電線株
式会社佐倉工場内
⑬ 発 明 者 真田和夫
佐倉市六崎1440番地藤倉電線株

式会社佐倉工場内
⑭ 発 明 者 宮本末広
佐倉市六崎1440番地藤倉電線株
式会社佐倉工場内
⑮ 出 願 人 藤倉電線株式会社
東京都江東区木場1丁目5番1
号
⑯ 代 理 人 弁護士 志賀正武



明 細 書

1. 発明の名称

光ファイバ母材の製法

2. 特許請求の範囲

VAD 法により、

コアとなる多孔質ブリフォームを酸化アルミニウム、酸化ジルコニウム等の高融点酸化物をドーブした酸化ケイ素で形成し、

クラッドの内側部分となる多孔質ブリフォームをプラズマジェットを利用してフッ素をドーブした酸化ケイ素で形成し、

クラッドの外側部分となる多孔質ブリフォームを酸化ケイ素で形成し、ついで透明ガラス化することを特徴とする光ファイバ母材の製法。

3. 発明の詳細な説明

この発明は、特にダイプレストクラッド構造のシングルモード光ファイバを得るに好適な光ファイバ母材の製法に関する。

シングルモード光ファイバの伝送特性を一層向

上させたものに、第1図に示すような屈折率分布を持つダイプレストクラッド構造のシングルモード光ファイバが提案されている。このダイプレストクラッド構造のシングルモード光ファイバは、第1図からも明らかなように、クラッドの屈折率とその半径方向にステップ状に変化し、コアに近い部分の屈折率が低く、コアから遠い部分の屈折率が高くなっている。このような屈折率分布を有するダイプレストクラッド構造のシングルモード光ファイバは、伝送損失が小さく、帯域特性が優れているという特長を持っている。

従来、このようなダイプレストクラッド構造のシングルモード光ファイバはCVD法によつて製造されていた。CVD法によれば、屈折率分布の調節が精密に行えるので、第1図に示すようなレベルの良い屈折率分布を示すものが得られるものの光ファイバ母材の大きさが制限され、長尺光ファイバを得ることは不可能である。

一方、VAD法は光ファイバ母材の大きさに制限を受けず、長尺の光ファイバを得ることができ

るが、このVAD法を利用してダイプレストクラッド構造のシングルモード光ファイバを製造すると、例えば第2図に示すように屈折率分布がダレて、完全なステップ状の屈折率分布を持つものを得ることが不可能である。これは、クラッドとなる多孔質ブリフオーームを形成する際、先に形成されたコアとなる多孔質ブリフオーーム中の酸化ゲルマニウムなどのドーパントの1部が揮散してクラッドとなるガラス微粒子と反応したり、脱水、透明ガラス化の際の加熱によつて反応もしくは揮散したりするためである。

この発明は、上記事情に鑑みてなされたもので、理想的な屈折率分布を有するダイプレストクラッド構造のシングルモード光ファイバの長尺物を得ることのできる光ファイバ母材の製法を提供することを目的とするもので、コアおよびクラッドとなる多孔質ブリフオーームのドーパントを特定し、かつクラッドの内側部分となる多孔質ブリフオーームの形成にプラズマジエントを利用することを特徴とするものである。

ガラス化の際の加熱によつても、他のガラス成分と反応したり、あるいは揮散したりすることがない。また、次のクラッドとなる多孔質ブリフオーームの形成の際にも、そのガラス微粒子の SiO_2 と反応することがない。したがつて、 Al_2O_3 、 ZrO_2 などの高融点酸化物をドーパントとすることによつて、コアとなるブリフオーームの外側部分の屈折率のダレがなく、理想的なステップ型の屈折率分布とすることができる。

これに対し、一般に多用される GeO_2 をドーパントとすると、 GeO_2 の融点は 1100°C と低いので、上記後工程において GeO_2 が反応したり、揮散したりして、屈折率分布のダレたものしか得られない。

ついで、コアとなる多孔質ガラスブリフオーーム3がある程度生長すると、第1のバーナ1の上方に設けられた第2のバーナ4が燃焼を開始する。この第2のバーナ4は、クラッドの内側部分の多孔質ブリフオーームを形成するもので、高周波プラズマトーチとなつてゐる。すなわち、バーナ4の

以下、図面を参照してこの発明を詳しく説明する。

第3図は、この発明の製法に好適に用いられる製造装置を示すもので、図中符号1はコアとなる多孔質ブリフオーームを形成するための第1のバーナである。この第1のバーナ1は、多重管構造の脱水素炭バーナであつて、 SiC_2 、 AlC_2 、 ZrC_2 、ガスなどのガラス原料ガス H_2 ガス、 O_2 ガス、 Ar ガスなどが別々に供給される。ガラス原料ガスは火炎中で熱加水分解反応、熱酸化反応等の気相化学反応を受けて、 SiO_2 、 Al_2O_3 、 ZrO_2 などのガラス微粉末となり、回転しながら上方に移動する棒状基材2の先端に付着、堆積してコアとなる多孔質ガラスブリフオーーム3が形成されてゆく。

ここで、屈折率を高めるドーパントに SiO_2 よりも高融点の Al_2O_3 、 ZrO_2 などの高融点酸化物を使用することがポイントである。 Al_2O_3 、 ZrO_2 などはその融点が例えば 1600°C 以上と高く後工程の塩素(Cl_2)ガスによる脱水や透明

本体4aの外周には高周波コイル4bが巻回され、図示しない高周波電源に接続されて高周波電流が通電される。また、バーナ本体4aの基部からは本体4a内にプラズマ発生ガスとしての Ar ガス、 N_2 ガス、 H_2 ガスなどが圧送され、これによつてプラズマジエントがバーナ4のノズルから放射される。これと同時に、バーナ本体4a内には SiC_2 などのガラス原料ガス、 O_2 ガス、 Ar ガスおよびフッ化物ガスが供給される。このフッ化物ガスは、 BF_3 、 CF_4 、 SiF_4 、 PF_5 、 AsF_5 、 SF_6 などの非金属元素のフッ化物で、常温付近でガス状態となつてゐるものであり、特に CF_4 、 SF_6 が好ましい。バーナ4に供給された上記ガスは、プラズマ中で気相化学反応を受け、 $\text{Si}-\text{F}$ 結合を有するガラス微粒子となり、コアとなる多孔質ブリフオーーム3上に付着、堆積し、クラッドの内側部分となる多孔質ブリフオーーム5となる。この際、バーナ4からは、 $1万\sim 2万^\circ\text{K}$ の超高温のプラズマジエントが放射されるので、バーナ4は先に形成されたコアとなる多孔質ブリ

フォーム3から十分離して設置され、1200～1500℃程度にまで冷却したガラス微粒子が付着、堆積するように留意される。

ここで、第2のバーナ4にプラズマトーチを用いたのは、上述のようにプラズマは1万～2万[°]Kと非常に高温となるためSiとFとが反応し、Si-F結合を持つガラス微粒子が生成するためである。一般の酸水素炎バーナでは、火炎の温度は約2480℃であるので、Si-F結合が生じず、フッ化物ガスから分解したFがSiO₂に単に付着した状態となっており、このようなガラス微粒子を堆積した多孔質ブリフォームを脱水あるいは透明ガラス化するとき、その高温雰囲気中でFが揮散してしまい、十分に屈折率を下げることができなくなるとともに屈折率が外側部分と内側部分で変化し、平坦なステップ状にならなくなる。一方、Si-F結合を有するガラス微粒子を堆積して形成した多孔質ブリフォームは、SiとFとが強固に結合しているため、脱水、透明ガラス化の際にFが揮散することがなく、これらの後工程を経て

も屈折率の変化のないガラス母材が得られる。

このようにして、第2のバーナ4によつて、クラッドの内側部分となる多孔質ブリフォーム5が形成されたならば、第2のバーナ4の上方に設けられた第3のバーナ6が燃焼し、クラッドの外側部分となる多孔質ブリフォーム7が形成される。第3のバーナ6は、多重管構造の酸水素炎バーナで、SiC₄ガス、H₂ガス、O₂ガス、Arガス等が供給され、火炎中でSiO₂のみからなるガラス微粒子が生成される。このガラス微粒子は先に形成されたクラッドの内側部分となる多孔質ブリフォーム5上に付着、堆積し、クラッドの外側部分となる多孔質ブリフォーム7となる。

このようにして得られた三層構造の多孔質ブリフォームは、必要に応じて塩素ガスによる脱水処理を受けたのち、加熱されて透明ガラス化されて、光ファイバ母材とされる。この透明ガラス化の際に、コアとなる多孔質ブリフォーム3には高融点酸化物が含まれているので、加熱温度は1600～1700℃程度とされる。

ついで、透明ガラス化された光ファイバ母材は、必要に応じて石英ガラス管にジャケットされたのち、常法によつて溶融紡糸され、目的とするダイプレスクラッド構造のシングルモード光ファイバとされる。この溶融紡糸に当つては、高融点酸化物が含まれているので、溶融温度を1600～1700℃以上と高くし、かつ高速紡糸を行つて、光ファイバを急冷し、高融点酸化物の再結晶化を防ぐことが必要である。

このような光ファイバ母材の製法によれば、コアとなる多孔質ブリフォーム3のドーパントにAl₂O₃、ZrO₂などの高融点酸化物を用いたもので、後工程での加熱の際にドーパントが反応したり、揮散したりすることがなく、均一な屈折率を持つものとなる。また、クラッドの内側部分となる多孔質ブリフォーム5には、プラズマトーチを利用してSi-F結合を有するガラス微粒子を堆積したので、やはり後工程での加熱の際にFが反応したり揮散したりすることがなく、効果的に屈折率が低下させられ(ダイプレスト)、しかも平

坦となる。よつて、この光ファイバ母材から得られる光ファイバは、第1図に示すような理想的な屈折率分布を持つダイプレスクラッド構造のシングルモード光ファイバとなる。

以下、実施例を示して具体的に説明する。

[実施例]

第3図に示す製造装置を用いて、光ファイバ母材を製造した。

第1のバーナ1にSiC₄ 120cc/分、ZrC₄ 200cc/分、H₂ 4.0ℓ/分、O₂ 10.0ℓ/分、Ar 1.5ℓ/分を送給し、棒状基材2の先端に直径12mmのコアとなる多孔質ブリフォーム3を90mm/時間の生長速度で生長させた。

第2のバーナ4として石英管の外周に径30mmの高周波コイル4bを巻回したものを用い、このコイル4bに周波数13.5MHz 出力30KWの高周波電力を供給し、プラズマジエットを発生した。石英管の基部にはSiC₄ 1000cc/分、Ar 4.0ℓ/分、O₂ 5.0ℓ/分、CF₄ 20cc/分をそれぞれ同時に供給し、ガラス微粒子を生成

し、外径60mmのクラッドの内側部分となる多孔質ブリフフォーム5を形成した。第2のバーナ4とブリフフォーム5との距離は180mmとした。

ついで第3のバーナ6に、 SiC_2 1800cc/分、 H_2 5.5g/分、 O_2 8g/分、 Ar 2.0g/分をそれぞれ供給し、 SiO_2 のみからなるクラッドの外側部分となる多孔質ブリフフォーム7を形成する。仕上り外径は90mmとした。

得られた三層構造の多孔質ブリフフォームを1680°Cで加熱し、透明ガラス化したのち、引延し、石英パイプ内に封入し、光ファイバ母材とした。この光ファイバ母材を溶融紡糸して得られた光ファイバの屈折率分布は、第4図に示すようにほぼ完全なディプレストクラッド構造であり、この光ファイバは通常のシングルモード光ファイバに比べ、屈折率特性にすぐれ、伝送損失も安定であつた。

なお、第2のバーナ4は、高周波プラズマトーチに限らず、非移送式の直流プラズマトーチなどを使用してもよいが、径との反応が生じて多孔

質ブリフフォームが汚染される恐れが生じることがあるので注意を要する。

以上説明したように、この発明の光ファイバ母材の製法は、VAD法により、コアとなる多孔質ブリフフォームを酸化アルミニウム、酸化ジルコニウム等の高融点酸化物をドーブした酸化ケイ素で形成し、クラッドの内側部分となる多孔質ブリフフォームをプラズマジェットを利用してフッ素をドーブした酸化ケイ素で形成し、クラッドの外側部分となる多孔質ブリフフォームを酸化ケイ素のみで形成し、ついで透明ガラス化するものである。よつて、この多孔質ブリフフォームを脱水処理や透明ガラス化などの際の高真空雰囲気下に限らずとも、コアおよびクラッドとなるブリフフォームのそれぞれのドーパントが他のガラス成分と反応したりあるいは溶融したりすることがなく、屈折率の変動を来することがない。したがつて、この光ファイバ母材より得られた光ファイバは、例えば第1図に示すような理想的なディプレストクラッド構造を有するシングルモード光ファイバとなる。また、

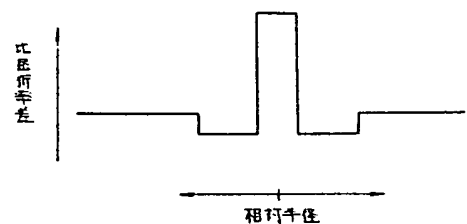
シングルモード光ファイバに限らず、一般のマルチモードのステップインデックス型の光ファイバを得ることもでき、特にキレのよい屈折率分布を持つものが得られる。

4. 図面の簡単な説明

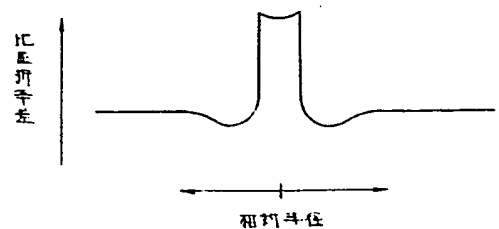
第1図は、理想的なディプレストクラッド構造のシングルモード光ファイバの屈折率分布を示すグラフ、第2図は従来のVAD法によつて得られたディプレストクラッド構造のシングルモード光ファイバの屈折率分布を示すグラフ、第3図はこの発明の製法に好適に用いられる製造装置の例を示す概略斜視図、第4図はこの発明の実施例で得られた光ファイバの屈折率分布を示すグラフである。

1……第1のバーナ、2……棒状基材、3……コアとなる多孔質ブリフフォーム、4……第2のバーナ、5……クラッドの内側部分となる多孔質ブリフフォーム、6……第3のバーナ、7……クラッドの外側部分となる多孔質ブリフフォーム。

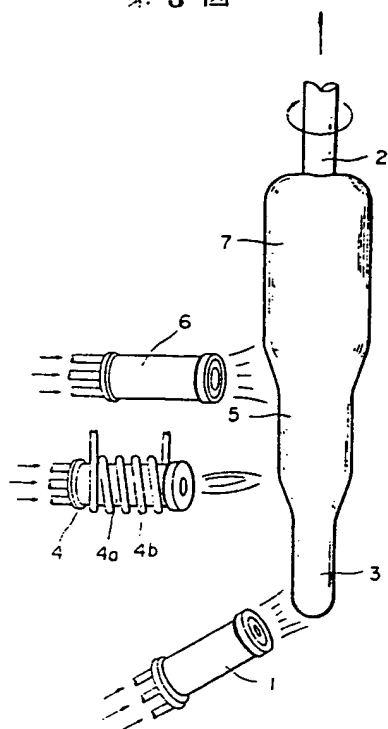
第1図



第2図



第 3 図



第 4 図

